

РАЗЛОЖЕНИЕ БЮГЕЛЬНЫХ СПЛАВОВ

*Пивоварова О.А.⁽¹⁾, Лисиенко Д.Г.⁽¹⁾, Домбровская М.А.⁽¹⁾,
Курбатова И.Б.⁽²⁾*

⁽¹⁾Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, Мира, д. 19

⁽²⁾ЗАО «Уральские инновационные технологии»
г. Екатеринбург, пр. Космонавтов, д. 18

В настоящее время среди различных бюгельных (стоматологических) сплавов наиболее распространены сплавы из неблагородных металлов из-за их низкой стоимости, универсальности и долговечности. Для их изготовления в качестве основных компонентов используют никель, кобальт и хром.

Одним из производителей сплавов является ЗАО «УРАЛИНТЕХ» (г. Екатеринбург), выпускающее сплавы двух типов: никель-хромовый сплав (НХС) (основа – Ni и Cr, легирующие добавки - Mo, Mn, Fe, Si) и кобальт-хромовый сплав (КХС) (основа – Co и Cr, легирующие добавки - Mo, Mn, Fe, Si). Анализ таких композиций в мировой практике зачастую проводят методом ICP-OES. Однако перевод всех компонентов сплавов в раствор затруднен. Поэтому была поставлена задача выбрать и опробовать наиболее экспрессный и максимально эффективный способ разложения.

Проведен выбор вида лабораторной пробы, представляющей собой либо неотгалтованные гранулы сплава (промежуточная форма продукции), либо стружку, нарезанную от прутков вторичного переплава отгалтованных гранул. Отличие проб заключалось в составе поверхностного слоя пробы, представляющем в первом случае – прочную оксидную пленку, а во втором – металл. Для получения анализируемой пробы сравнили два способа: открытое кислотное растворение и автоклавное разложение с микроволновым нагревом.

В случае открытого кислотного разложения использовали две смеси кислот: HCl:HNO_3 в соотношении (3:1) и смесь $\text{HCl:H}_2\text{SO}_4$ (1:1) в соотношении (1:1). В «царской водке» происходит пассивация поверхности из-за образования оксидов хрома и прекращение растворения. В смеси хлороводородной и серной кислот оба сплава растворяются с образованием нерастворимого в кислотах молибденового ангидрида, что было подтверждено эмиссионным спектральным анализом остатка с дуговым возбуждением. Образующийся в обоих случаях осадок кремниевой кислоты в присутствии серной кислоты хорошо коагулирует и может быть выделен

фильтрованием. Это позволило рекомендовать для определения кремния гравиметрию с обязательной отгонкой тетрафторида кремния.

При автоклавном разложении (Berghof MWS 3+) более эффективным оказалось использование смеси хлороводородной и азотной кислот. Методом линейных экспериментов установлен оптимальный состав кислотной смеси и минимально необходимый объем растворителя (15 см³). Выявлено, что в выбранных условиях происходит растворение только стружки, неотгалтованные гранулы сплава полностью не растворяются. При этом в условиях автоклавного разложения не удалось количественно выделить кремниевую кислоту в виде осадка, так как некоторая ее часть остается в растворе в коллоидной форме.

Использование автоклавного вскрытия позволило снизить расход реагентов и сократить время разложения с 4-5 часов до 1 часа. Поэтому для увеличения экспрессности пробоподготовки КХС и НХС рекомендовано использовать метод автоклавного разложения с микроволновым нагревом для определения Ni, Cr, Mo, Mn и Fe. При контроле содержания Si гравиметрическим методом следует использовать открытое разложение.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ГАФНИЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДАМИ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Студенок В.В., Домбровская М.А., Лисиенко Д.Г., Смирнова А.П.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Потребительские свойства гафния и сплавов на его основе в существенной степени зависят от содержания в них примесей. Определение малых концентраций примесных компонентов требует применения современных высокочувствительных методов. Ранее была разработана масс-спектрометрическая методика определения Al, Mg, Ti, Cr, Ni, Cu, Mo, Sn, Nb, W, Mn, Fe, B, Be в гафниевых материалах [1]. Но метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой не обеспечивает необходимых пределов обнаружения для таких элементов как Fe и Ca, а также характеризуется низкой чувствительностью для легких элементов (B, Be). Кроме того, невозможно определение Si из растворов совместно с другими элементами. Следовательно, определение перечисленных аналитов требует использования других методов, таких как атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-АЭС) и с дуговым возбуждением. Целью